## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

07-033419

(43)Date of publication of application: 03.02.1995

(51)Int.Cl.

CO1B 31/02

B01D 46/02 CO1G 1/00

(21) Application number: 05-199083

(71)Applicant: RITSUMEIKAN

(22)Date of filing:

16.07.1993

(72)Inventor: KAKIUCHI CHIHIRO

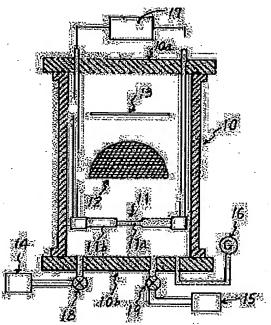
NAKAYAMA YASUYUKI

## (54) METHOD AND APPARATUS FOR COLLECTING CARBON 60

(57)Abstract:

PURPOSE: To easily and efficiently capture C60 molecules by arranging a filter which allows passage of the C60 molecules but captures amorphous carbon particles and a collecting means for sticking the crystals of C60 in a specific manner.

CONSTITUTION: An inert gaseous atmosphere of about 100Torr is formed within a bell-jar 10. Smoke contg. the C60 molecules of a high concn. past a first net 12 rises together with the convection of the gas and arrives at a second net 13. The temp. of the smoke is about 300 to 350° C in the region of the second net 13 and is the temp. suitable for crystallization of the C60 molecules. Then the C60 molecules are crystallized on the second net 13 and are stuck to the net 13. The net 13 is recovered at the point of the time when the specified amt. of soot sticks to the second net 13. The soot of the net 13 is dropped by a brush and is collected, by which the C60 is easily collected. The amorphous carbon particles and the C60 are easily separately



collected according to the height from carbon electrodes according to such device.

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.

3.In the drawings, any words are not translated.

### **CLAIMS**

### [Claim(s)]

[Claim 1] Into an inert gas ambient atmosphere, arrange the carbon electrode for arc discharge of a pair, and arc discharge is performed. To the temperature field which the molecule of the carbon 60 in the convection current of the smoke generated from the carbon electrode of said pair does not crystallize The molecule of said carbon 60 arranges a filter means to catch an amorphous carbon particle although you make it pass. The approach for collecting the carbon 60 characterized by having arranged a collection means to make the crystal of said carbon 60 adhere to the temperature field which is the downstream of said filter means in the convection current of said smoke, and the molecule of carbon 60 crystalizes.

[Claim 2] The approach according to claim 1 characterized by having arranged said filter means to the field with a temperature [ in the convection current of said smoke ] of 400-500 degrees C, and having arranged said collection means to the field with a temperature [ in the convection current of said smoke ] of 300-350 degrees C.

[Claim 3] Said filter means is an approach according to claim 1 or 2 characterized by

consisting of a network.

[Claim 4] A vacuum tub and the carbon electrode for arc discharge of the pair arranged inside said vacuum tub, A filter means to catch an amorphous carbon particle although the molecule of carbon 60 arranged above said carbon electrode in the external power connected to the carbon electrode of said pair and the interior of said vacuum tub is made to pass, The collection means to which the crystal of the carbon 60 arranged above said filter means in the interior of said vacuum tub is made to adhere, It has the vacuum pump connected to said vacuum tub, the inert gas supply means connected to said vacuum tub, and the vacuum gage connected to said vacuum tub. Said filter means It is arranged to the temperature field which the molecule of the carbon 60 in the convection current of the smoke produced from the carbon electrode of said pair at the time of arc discharge does not crystallize. Said collection means Equipment for collecting the carbon 60 characterized by being arranged to the temperature field which the molecule of the carbon 60 in the convection current of said smoke crystalizes.

[Claim 4] Said filter means is equipment according to claim 3 characterized by consisting of a network.

[Claim 5] Said network is equipment according to claim 4 characterized by arranging the shape of a dome so that opening of nothing and said dome may overlook said carbon electrode.

[Claim 6] Said filter means is equipment according to claim 3 to 5 characterized by being arranged to a field with a temperature [ in the convection current of said smoke ] of 400-500 degrees C, and arranging said collection means to the field with a temperature [ in the convection current of said smoke ] of 300-350 degrees C.

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

[Description of the Prior Art] carbon 60 (henceforth "C60") - K3 C60 (19.28) and K2

- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

### **DETAILED DESCRIPTION**

# [Detailed Description of the Invention] [0001]

RbC60 (21.8) (the inside of a parenthesis is transition temperature (K)) etc. — transition temperature Tc In order to form a hot superconductivity salt relatively, it is observed in recent years and the approach for collecting C60 is already learned. According to this method of collecting C60, soot is first collected by gas evaporation at first. In soot, C60 molecule is contained about 10%, and about 90% of remainder is an amorphous carbon particle. The collected soot is melted in organic solvents, such as benzene and toluene. Although an amorphous carbon particle does not melt into an organic solvent at this time, C60 molecule melts into an organic solvent. Therefore, it is refined after C60 molecule is separated by removing the organic solvent into which C60 molecule melted. [0002] The collection of the soot by gas evaporation is simply explained to below. The carbon rod for arc discharge of a pair is arranged in a bell jar, arc discharge is performed in the ambient atmosphere of the inert gas of about 100 Torr(s), and a carbon rod is heated. At this time, a carbon rod reaches the temperature of 3000 degrees C or more, the carbon steam generated from the carbon rod near the carbon rod collides [ the gas molecule of an ambient atmosphere, and ], condenses it, and it makes a cluster, and a steam adsorbs and carries out vapor growth of it on a cluster, and it serves as a solid particulate (soot). And soot goes up with the convection current of gas, and forms smoke. This soot is made to adhere to the glass plate arranged to a suitable means, for example, the medial surface of a bell jar, or the upper part of a carbon rod, and is collected.

[0003] However, effectiveness in this collecting method's requiring time and effort very much is very bad, and the present condition is that it is utmost to collect about 100–150mg of C60 molecules by the activity on the 1st. For this reason, in current and a commercial scene, 1g carries out C60 molecule of tens of thousands of yen.

[0004]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] Therefore, the technical problem of this invention is enabling it to offer the approach and equipment which can collect C60 molecule simply and efficiently that the fault of the conventional method of collecting C60 should be canceled, and to offer C60 molecule cheaply by it.

[0005]
[Means for Solving the Problem] this invention person measured the temperature of the smoke generated from a carbon rod as a function of the height from a carbon rod in gas evaporation. The temperature of smoke discovered falling rapidly as smoke goes up, and

smoke generated from a carbon rod as a function of the height from a carbon rod in gas evaporation. The temperature of smoke discovered falling rapidly as smoke goes up, and falling even to extent of the temperature which C60 molecule already crystallizes from a carbon rod at a point with a height of about 60mm as a result of measurement. And with regards to the height from a carbon rod, it hit on an idea of C60 and an amorphous carbon particle by using this temperature characteristic for a separation collection to be carried out easily.

[0006] Namely, into an inert gas ambient atmosphere, this invention arranges the carbon

electrode for arc discharge of a pair, and performs arc discharge. To the temperature field which the molecule of the carbon 60 in the convection current of the smoke generated from the carbon electrode of said pair does not crystallize The molecule of said carbon 60 arranges a filter means to catch an amorphous carbon particle although you make it pass. The approach for collecting the carbon 60 characterized by having arranged a collection means to make the crystal of said carbon 60 adhere to the temperature field which is the downstream of said filter means in the convection current of said smoke, and the molecule of carbon 60 crystalizes is constituted.

[0007] At this time, it is desirable to arrange said filter means to a field with a temperature [in the convection current of said smoke] of 400-500 degrees C, and to arrange said collection means to a field with a temperature [in the convection current of said smoke] of 300-350 degrees C. Moreover, in order to attain a filter function, without disturbing the convection current of gas, i.e., the convection current of smoke, as much as possible, as for said filter means, consisting of a network is desirable.

[0008] Furthermore, the carbon electrode for arc discharge of the pair arranged inside a vacuum tub and said vacuum tub as equipment suitable for enforcing the above-mentioned approach, A filter means to catch an amorphous carbon particle although the molecule of carbon 60 arranged above said carbon electrode in the external power connected to the carbon electrode of said pair and the interior of said vacuum tub is made to pass, The collection means to which the crystal of the carbon 60 arranged above said filter means in the interior of said vacuum tub is made to adhere, It has the vacuum pump connected to said vacuum tub, the inert gas supply means connected to said vacuum tub, and the vacuum gage connected to said vacuum tub. Said filter means It is arranged to the temperature field which the molecule of the carbon 60 in the convection current of the smoke produced from the carbon electrode of said pair at the time of arc discharge does not crystallize. Said collection means The equipment for collecting the carbon 60 characterized by being arranged to the temperature field which the molecule of the carbon 60 in the convection current of said smoke crystalizes is constituted.

[0009] Preferably, said filter means consists of a network. Moreover, as for said network, it is desirable to arrange the shape of a dome so that opening of nothing and said dome may overlook said carbon electrode. Furthermore, said filter means is arranged to a field with a temperature [ in the convection current of said smoke ] of 400–500 degrees C, and it is [ said collection means ] desirable to be arranged to the field with a temperature [ in the convection current of said smoke ] of 300–350 degrees C.

[0010]

[Function] In the configuration of this invention, the smoke generated from the carbonaceous Plastic solid goes up with the convection current of gas. And although most amorphous carbon particles contained in smoke are caught by the filter means when smoke passes a filter means, C60 with a molecule condition passes a filter means, without crystallizing. The smoke which contained C60 so much goes up further with the convection current of gas, and reaches a collection means. And it crystallizes and the molecule of C60 adheres to a collection means here.

[0011]

[Example] Hereafter, the desirable example of this invention is explained with reference to an accompanying drawing. Drawing 1 is a schematic diagram explaining the approach for collecting C60 by this invention. In drawing 1, if the carbon electrode 1 of a pair is arranged in the ambient atmosphere of the inert gas of about 100 Torr(s), for example, is heated by arc discharge, a carbon electrode 1 reaches the temperature of 3000 degrees C or more, the carbon steam generated from the carbon electrode 1 near the carbon electrode 1 will collide [ the gas molecule of an ambient atmosphere, and ], will condense it, and it will make a cluster. And a carbon steam adsorbs, vapor growth is carried out, and it becomes a solid particulate (soot) at a cluster top, and this soot goes up with the convection current of the gas by heating, and forms smoke 2.

[0012] If the temperature of smoke 2 is measured as a function of the height from a carbon electrode 1 at this time, it will become like the graph shown in <u>drawing 3</u>. Along with the rise of smoke 2, it turns out that the temperature of smoke 2 falls rapidly so that clearly from this graph. If this temperature characteristic is used, with regards to the height of a carbon electrode 1, the separation collection of an amorphous carbon particle and C60 can be carried out.

[0013] That is, although the temperature field which the molecule of C60 in the convection current of smoke does not crystalize is made to pass the molecule of C60, an amorphous carbon particle arranges a filter means 3 to catch, and arranges a collection means 4 to make the crystal of C60 adhere to the temperature field which is the downstream (upper part) of the filter means in the convection current of smoke further, and the molecule of C60 crystalizes. In this case, the 1st network which has the mesh of magnitude with it is used. [what can attain an expected filter function, without if possible the filter means 3 disturbing the convection current of smoke desirable for example, and ] [fixed] Moreover, although the collection means 4 may be what kind of thing as long as it makes the crystal of C60 adhere, the 2nd network with which what does not disturb the convection current of gas if possible has the mesh of fixed magnitude preferably like the filter means 3 is used. [0014] In this way, the smoke generated from the carbon electrode 1 goes up with the

[0014] In this way, the smoke generated from the carbon electrode 1 goes up with the convection current of gas. And although most amorphous carbon particles in smoke adhere to the 1st network 3 and it is caught when smoke passes the 1st network 3 (filter means), the molecule of C60 passes the mesh of the 1st network 3, and goes up further toward the 2nd network 4. And it crystallizes on the 2nd network 4 and adheres to a network 4. If the 2nd networks 4 are collected and adhering soot is dropped and collected by the brush when the soot of a constant rate adheres to the 2nd network 4, C60 will be obtained simply. In addition, what is necessary is just to drop suitably the soot which adhered by the brush etc., when the 1st network changes into a blinding condition in the middle of a collection.

[0015] In order to check whether the separation collection of an amorphous carbon particle and C60 is actually carried out certainly by the above-mentioned approach, the electron microscope image and diffraction figure of the collection object by the 1st network 3 and the

and C60 is actually carried out certainly by the above-mentioned approach, the electron microscope image and diffraction figure of the collection object by the 1st network 3 and the collection object by the 2nd network 4 were investigated. Consequently, most collection objects by the 1st network are amorphous carbon particles, and it turned out that most collection objects by the 2nd network are C60 crystallized.

[0016] One example of the equipment suitable for enforcing the approach by this invention was shown in drawing 2. As shown in drawing 2, equipment has the cylinder-like bell jar 10. The carbon rod 11 for arc discharge of a pair is arranged horizontally, and is supported by the lower part in a bell jar 10 at top-cover 10made from stainless steel a of a bell jar 10. The apical surface which one carbon rod 11a is formed in so that it may become a path with a point smaller than the remaining part, and the carbon rod 11 of a pair counters touches mutually. In this case, the apical surface of the carbon rod 11 of a pair sets suitable spacing, and may be counterposed. The carbon rod 11 of a pair is connected to the external power 17 for discharge.

[0017] Above the carbon rod 11, inside a bell jar 10, the 1st dome-like network 12 made from stainless steel makes a carbon rod 11 face the opening, and is arranged, and it is supported by the suitable (illustration is not carried out) member at top-cover 10a of a bell jar 10. The 1st network 12 has an about 2-3mm mesh. Above the 1st network 12 in the interior of a bell jar 10, the 2nd plate-like network 13 made from stainless steel is arranged horizontally, and is supported by the suitable (illustration is not carried out) member at top-cover 10a of a bell jar 10. The 2nd network 13 has about 1mm mesh.

[0018] The 1st network 12 and 2nd network 13 are arranged in the height location beforehand determined from the temperature characteristic of the smoke produced from a carbon rod 11 at the time of arc discharge, respectively. Namely, as for the 1st network 12, the temperature of smoke is arranged in the height location where the temperature of smoke becomes about 400-500 degrees C at the location used as about 300-350 degrees C, as for

the 2nd network 13.

[0019] The inert gas storage equipment 15 for introducing inert gas into the interior of the vacuum pump 14 for lengthening the interior of a bell jar to a vacuum and a bell jar is connected to lower lid 10b of a bell jar 10 through the bulb 18 and the bulb 19, respectively. Furthermore, the vacuum gage 16 for measuring the degree of vacuum inside a bell jar is connected to lower lid 10b of a bell jar 10.

[0020] Hereafter, the actuation approach of this equipment is explained. First, at first, a vacuum pump 14 is made to operate and the interior of a bell jar 10 is lengthened by the vacuum. When the interior of a bell jar will be in a suitable vacua, while a bulb 18 is closed, a bulb 19 is opened wide and inert gas is introduced into the interior of a bell jar from inert gas storage equipment 15. At this time, the gas pressure of the inert gas introduced is measured with a vacuum gage 16. In this way, the inert gas ambient atmosphere of about 100 Torr(s) is formed in the interior of a bell jar 10.

[0021] Then, arc discharge is performed. By arc discharge, a carbon rod 11 goes up toward the 1st network 12 with the convection current of the gas which it was heated by 3000 degrees C or more, and smoke occurred from the carbon rod 11, and occurred inside the bell jar. The temperature of smoke is about 400–500 degrees C in the field of a network 12, and C60 is still in the condition of a molecule at this temperature. Therefore, although C60 molecule passes the mesh of the 1st network 12 and goes up further, an amorphous carbon particle adheres to the 1st network 12. In this way, most amorphous carbon particles in smoke are removed by the 1st network 12.

[0022] The smoke containing C60 high-concentration molecule which passed the 1st network 12 goes up with the convection current of gas, and reaches the 2nd network 13. The temperature of smoke is about 300-350 degrees C in the field of the 2nd network 13, and is the temperature suitable for crystallization of C60 molecule. Therefore, it crystallizes on the 2nd network 13 and C60 molecule adheres to a network 13. When the soot of a constant rate adheres to the 2nd network 13, networks 13 are collected, and C60 is simply obtained by dropping the soot of a network 13 on a brush and collecting it.

[0023] Thus, according to this invention, with regards to the height from a carbon electrode, the separation collection of an amorphous carbon particle and C60 can be carried out easily. Consequently, an activity [ say / separating an amorphous carbon particle and C60 from soot using an organic solvent ] like before which is inefficient—like and wastes time amount becomes unnecessary. And it becomes possible to collect C60 efficiently very simply. [0024] In addition, in this example, although C60 was collected in the condition that there are no receipts and payments of gas to a bell jar, as the interior of a bell jar is set to about 100 Torr(s), C60 can also be collected for gas with a sink, making the pumping rate and the amount of gas installation which lead gas from a top cover and lead gas balance, while introducing gas from inert gas storage equipment. In this case, at once more many C60 is collectable.

[0025]

[Effect of the Invention] Since the separation collection of C60 and the amorphous carbon particle can be carried out based on the temperature characteristic of the smoke which heated the carbonaceous solid-state in the inert gas ambient atmosphere, and was produced by it according to this invention, it becomes unnecessary as mentioned above, to do the separation activity of C60 from soot using an organic solvent like before. And it becomes possible to collect C60 very simply and efficiently, and, therefore, C60 can be cheaply offered now.

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

### **DESCRIPTION OF DRAWINGS**

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] It is drawing which explained roughly the approach for collecting C60 by this invention.

[Drawing 2] It is drawing of longitudinal section having shown roughly one example of the equipment for collecting C60 by this invention.

[Drawing 3] In the situation shown in drawing 1, it is the graph which plotted the temperature of the smoke produced from a carbon electrode as a function of the height from a carbon electrode.

[Description of Notations]

- 1 Carbon Electrode for Arc Discharge
- 2 Smoke
- 3 1st Network (Filter Means)
- 4 2nd Network (Collection Means)

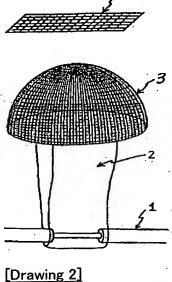
[Translation done.]

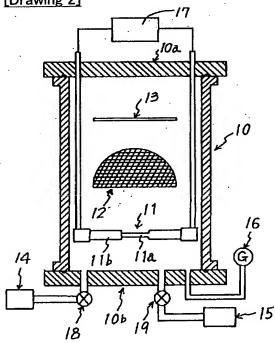
JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

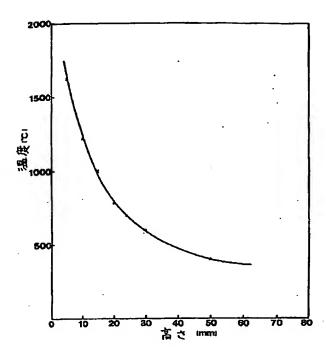
### **DRAWINGS**

[Drawing 1]





[Drawing 3]



[Translation done.]

		į.
	. 7	
,		

### (19)日本国特許庁(JP)

## (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

### 特開平7-33419

(43)公開日 平成7年(1995)2月3日

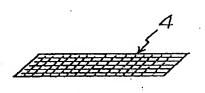
(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	ΡI	技術表示箇所
C 0 1 B 31/02	101 Z			
B 0 1 D 46/02	Z	7446-4D		
CO1G 1/00	S			

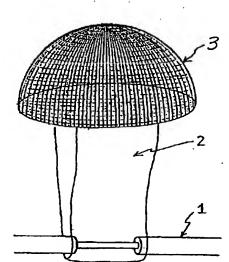
		審查請求	未請求 請求項の数7 FD (全 5 頁)	
(21)出願番号	特額平5-199083	(71)出顧人	593006630 学校法人立命館	
(22)出廣日	平成5年(1993)7月16日		京都府京都市北区等特院北町56番地の1	
•		(72)発明者	墙内千导	
	•		滋賀県大津市清風町26の10	
		(72)発明者	中山巌之	
	•		京都府京都市伏見区桃山紅雪町87	
		(74)代理人	弁理士 新実 健邸 (外1名)	
	•			
•	•			
			·	

### (54) 【発明の名称】 カーボン60を採集するための方法および装置

### (57)【要約】

【構成】 不活性ガス雰囲気中に一対のアーク放電用炭 素電極1を配置しアーク放電を行う。炭素電極1から発 生する煙2の対流中におけるCooの分子が結晶化しない 温度領域に、C∞ の分子は通過せしめるが非晶質カーボ ン粒子を捕捉する第1のネット3を配置する。煙の対流 中における第1のネット3の下流側(上方)であってC so の分子が結晶化する温度領域に、Cso の結晶を付着せ しめる第2のネット4を配置する。





### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 不活性ガス雰囲気中に一対のアーク放電 用炭素電極を配置してアーク放電を行い、前記一対の炭素電極から発生する煙の対流中におけるカーボン60の分子が結晶化しない温度領域に、前記カーボン60の分子は通過せしめるが非晶質カーボン粒子を捕捉するフィルター手段を配置し、前記煙の対流中における前記フィルター手段の下流側であってカーボン60の分子が結晶化する温度領域に、前記カーボン60の結晶を付着せしめる採集手段を配置したことを特徴とするカーボン60を採集するための方法。

【請求項2】 前記フィルター手段を前記煙の対流中における温度400~500℃の領域に配置し、前記採集手段を前記煙の対流中における温度300~350℃の領域に配置したことを特徴とする請求項1に記載の方法。

【請求項3】 前記フィルター手段はネットからなって いることを特徴とする請求項1または請求項2に記載の 方法。

【請求項4】 真空槽と、

前記真空槽の内部に配置された一対のアーク放電用炭素電極と、

前記一対の炭素電極に接続された外部電源と、

前記真空槽の内部における前記炭素電極の上方に配置された、カーボン60の分子は通過せしめるが非晶質カーボン粒子を捕捉するフィルター手段と、

前記真空槽の内部における前記フィルター手段の上方に 配置されたカーボン60の結晶を付着せしめる採集手段 と、

前記真空槽に接続された真空ポンプと、

前記真空槽に接続された不活性ガス供給手段と、

前記真空槽に接続された真空計とを有しており、前記フィルター手段は、アーク放電時に前記一対の炭素電極から生じる煙の対流中におけるカーボン60の分子が結晶化しない温度領域に配置され、前記採集手段は、前記煙の対流中におけるカーボン60の分子が結晶化する温度領域に配置されていることを特徴とするカーボン60を採集するための装置。

【請求項4】 前記フィルター手段はネットからなっていることを特徴とする請求項3に記載の装置。

【請求項5】 前記ネットはドーム状をなし、前記ドームの開口が前記炭素電極を臨むように配置されていることを特徴とする請求項4に記載の装置。

【請求項6】 前記フィルター手段は、前記煙の対流中における温度400~500℃の領域に配置され、前記採集手段は、前記煙の対流中における温度300~350℃の領域に配置されていることを特徴とする請求項3~請求項5のいずれかに記載の装置。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【従来の技術】カーボン60(以下、「C®」という)は、K, C®(19.28)、K, RbC®(21.8)(括弧内は転移温度(K)である)等の、転移温度T。が相対的に高温の超伝導性塩を形成するため、近年注目されており、C®を採集するための方法が既に知られている。このC®の採集法によれば、まず最初、ガス中蒸発法でススが採集される。スス中にはC®分子が約10%含まれており、残り約90%が非晶質カーボン粒子である。集められたススはベンゼン、トルエン等の有機溶媒中に溶かされる。このとき、非晶質カーボン粒子は有機溶媒に溶けないが、C®分子は有機溶媒に溶ける。よってC®分子が溶けた有機溶媒を除去することによってC®分子が溶けた有機溶媒を除去することによってC®分子が溶けた有機溶媒を除去することによってC®分子が分離された後、精製される。

【0002】以下に、ガス中蒸発法によるススの採集について簡単に説明をする。ベルジャー内に一対のアーク放電用炭素棒を配置し、約100Torrの不活性ガスの雰囲気中でアーク放電を行い、炭素棒を加熱する。このとき、炭素棒は3000℃以上の温度に達し、炭素棒の近傍で炭素棒から発生した炭素蒸気が雰囲気のガス分子と衝突、凝縮してクラスターを作り、クラスター上に蒸気が吸着し、気相成長して固体粒子(スス)となる。そして、ススがガスの対流とともに上昇し煙を形成する。このススを適当な手段、例えば、ベルジャーの内側面、あるいは、炭素棒の上方に配置したガラス板等に付着せしめて採集する。

【0003】しかしながら、この採集法は非常に手間がかかるうえ、効率が非常に悪く、1日の作業で $C_{\infty}$ 分子を約100~150mg採集するのがやっとであるというのが現状である。このため、 $C_{\infty}$ 分子は、現在、市場 において1gが数万円もする。

[0004]

【発明が解決しようとする課題】したがって、本発明の課題は、従来のC∞の採集法の欠点を解消すべく、C∞分子を簡単にかつ効率良く採集することができる方法および装置を提供すること、そしてそれによってC∞分子を安価に提供できるようにすることである。

[0005]

40

【課題を解決するための手段】本発明者は、ガス中蒸発法において、炭素棒から発生する煙の温度を、炭素棒からの高さの関数として測定した。測定の結果、煙の温度は、煙が上昇するにつれて急激に低下し、炭素棒から約60mmの高さの地点で既にCω分子が結晶化する温度の程度にまで低下していることを発見した。そして、この温度特性を利用することによって、炭素棒からの高さに関係してCωと非晶質カーボン粒子とを容易に分離採集することができることに想到した。

【0006】すなわち本発明は、不活性ガス雰囲気中に 一対のアーク放電用炭素電極を配置してアーク放電を行 い、前記一対の炭素電極から発生する煙の対流中におけ 50 るカーボン60の分子が結晶化しない温度領域に、前記

3

カーボン60の分子は通過せしめるが非晶質カーボン粒子を捕捉するフィルター手段を配置し、前記煙の対流中における前記フィルター手段の下流側であってカーボン60の分子が結晶化する温度領域に、前記カーボン60の結晶を付着せしめる採集手段を配置したことを特徴とするカーボン60を採集するための方法を構成したものである。

【0007】このとき、前記フィルター手段を前記煙の対流中における温度400~500℃の領域に配置し、前記採集手段を前記煙の対流中における温度300~350℃の領域に配置することが好ましい。また、ガスの対流、すなわち煙の対流をできるだけ乱すことなくフィルター機能を達成するため、前記フィルター手段はネットからなっていることが好ましい。

【0008】さらに、上記の方法を実施するのに適した 装置として、真空槽と、前記真空槽の内部に配置された 一対のアーク放電用炭素電極と、前記一対の炭素電極に 接続された外部電源と、前記真空槽の内部における前記 炭素電極の上方に配置された、カーボン60の分子は通 過せしめるが非晶質カーボン粒子を捕捉するフィルター 20 手段と、前記真空槽の内部における前記フィルター手段 の上方に配置されたカーボン60の結晶を付着せしめる 採集手段と、前記真空槽に接続された真空ポンプと、前 記真空槽に接続された不活性ガス供給手段と、前記真空 槽に接続された真空計とを有しており、前記フィルター 手段は、アーク放電時に前記一対の炭素電極から生じる 煙の対流中におけるカーボン60の分子が結晶化しない 温度領域に配置され、前記採集手段は、前記煙の対流中 におけるカーボン60の分子が結晶化する温度領域に配 置されていることを特徴とするカーボン60を採集する ための装置を構成したものである。

【0009】好ましくは、前記フィルター手段はネットからなっている。また、前記ネットはドーム状をなし、前記ドームの開口が前記炭素電極を臨むように配置されていることが好ましい。さらに、前記フィルター手段は、前記煙の対流中における温度400~500℃の領域に配置され、前記採集手段は、前記煙の対流中における温度300~350℃の領域に配置されていることが好ましい。

### [0010]

【作用】本発明の構成において、炭素の成形体から発生した煙は、ガスの対流とともに上昇する。そして、煙がフィルター手段を通過するとき、煙の中に含まれる非晶質カーボン粒子の大部分はフィルター手段によって捕捉されるが、結晶化せずに分子状態のままのC。 はフィルター手段を通過する。C。を多量に含んだ煙は、ガスの対流とともにさらに上昇し、採集手段に達する。そしてここでC。の分子は結晶化し、採集手段に付着する。

#### [0011]

【実施例】以下、添付図面を参照して本発明の好ましい 50

実施例について説明する。図1は、本発明によるC∞を採集するための方法を説明した概略図である。図1において、一対の炭素電極1が約100Torrの不活性ガスの雰囲気中に配置され、例えばアーク放電によって加熱されると、炭素電極1は3000℃以上の温度に達し、炭素電極1の近傍で炭素電極1から発生した炭素蒸気が雰囲気のガス分子と衝突、凝縮してクラスターを作る。そして、クラスター上に炭素蒸気が吸着し、気相成長して固体粒子(スス)となり、このススが加熱によるガスの対流とともに上昇し、煙2を形成する。

【0012】このとき、煙2の温度を炭素電極1からの高さの関数として測定すると、図3に示したグラフのようになる。このグラフから明らかなように、煙2の上昇につれて、煙2の温度は急激に低下することがわかる。この温度特性を利用すれば、炭素電極1の高さに関係して非晶質カーボン粒子とC∞を分離採集することができる。

【0013】すなわち、煙の対流中におけるC∞の分子が結晶化しない温度領域に、C∞の分子は通過させるが非晶質カーボン粒子は捕捉するフィルター手段3を配置し、さらに煙の対流中におけるフィルター手段の下流側(上方)であってC∞の分子が結晶化する温度領域にC∞の結晶を付着させる採集手段4を配置する。この場合、フィルター手段3は、煙の対流をなるべく乱さずに所期のフィルター機能を達成できるものが好ましく、例えば、一定の大きさのメッシュを有する第1のネットが用いられる。また、採集手段4は、C∞の結晶を付着させるものであればどのようなものであってもよいが、フィルター手段3と同様、ガスの対流をなるべく乱さないものが好ましく、例えば、一定の大きさのメッシュを有する第2のネットが用いられる。

【0014】こうして、炭素電極1から発生した煙は、ガスの対流とともに上昇する。そして、煙が第1のネット3(フィルター手段)を通過するとき、煙中の非晶質カーボン粒子の大部分は第1のネット3に付着して捕捉されるが、Comの分子は第1のネット3のメッシュを通過し、第2のネット4に向かってさらに上昇する。そして、第2のネット4上において結晶化し、ネット4に付着する。第2のネット4に一定量のススが付着した時点で第2のネット4を回収し、付着したススをハケによって落として集めればComが簡単に得られる。なお、採集の途中で第1のネットが目詰まり状態となった場合には、適宜、ハケ等によって付着したススを落とせばよい

【0015】上述の方法によって、実際に非晶質カーボン粒子と $C_{\omega}$ が確実に分離採集されているかどうかを確認するため、第1のネット3による採集物および第2のネット4による採集物の、電子顕微鏡像および回折像を調べた。その結果、第1のネットによる採集物の大部分が非晶質カーボン粒子であり、第2のネットによる採集

物は大部分結晶化したCo であることがわかった。

【0016】図2には、本発明による方法を実施するのに適した装置の1例を示した。図2に示したように、装置は円筒状のベルジャー10を有している。ベルジャー10内の下部には、一対のアーク放電用炭素棒11が水平に配置され、ベルジャー10のステンレス製上蓋10 aに支持されている。一方の炭素棒11aは、先端部が残りの部分より小さい径となるように形成されており、また、一対の炭素棒11の対向する先端面は互いに接触している。この場合、一対の炭素棒11の先端面は、適 10当な間隔をおいて対置されていてもよい。一対の炭素棒11は、放電用外部電源17に接続されている。

【0017】ベルジャー10の内部には、炭素棒11の上方に、ドーム状の第1のステンレス製ネット12が、その開口を炭素棒11に臨ませて配置され、(図示はしない)適当な部材によってベルジャー10の上蓋10aに支持されている。第1のネット12は、約2~3mmのメッシュを有している。ベルジャー10の内部における第1のネット12の上方には、平板状の第2のステンレス製ネット13が、水平に配置され、(図示はしない)適当な部材によってベルジャー10の上蓋10aに支持されている。第2のネット13は、約1mmのメッシュを有している。

【0018】第1のネット12および第2のネット13は、それぞれ、アーク放電時に炭素棒11から生じる煙の温度特性から予め決定される高さ位置に配置されている。すなわち、第1のネット12は、煙の温度が約400~500℃となる高さ位置に、第2のネット13は、煙の温度が約300~350℃となる位置に配置されている。

【0019】ベルジャー10の下蓋10bには、ベルジャー内部を真空に引くための真空ポンプ14、およびベルジャー内部に不活性ガスを導入するための不活性ガス 貯蔵装置15が、それぞれバルブ18、バルブ19を介して接続されている。さらにベルジャー10の下蓋10bには、ベルジャー内部の真空度を測定するための真空計16が接続されている。

【0020】以下、この装置の作動方法について説明する。まず最初、真空ポンプ14が作動せしめられ、ベルジャー10の内部が真空に引かれる。ベルジャー内部が40適当な真空状態となった時点でバルブ18が閉じられる一方、バルブ19が開放されて、不活性ガス貯蔵装置15からベルジャー内部に不活性ガスが導入される。このとき、導入される不活性ガスのガス圧が真空計16によって測定される。こうして、ベルジャー10の内部に、約100Torrの不活性ガス雰囲気が形成される。

【0021】その後、アーク放電が行われる。アーク放電によって、炭素棒11は3000℃以上に加熱され、 炭素棒11から煙が発生し、ベルジャー内部に発生した ガスの対流とともに第1のネット12に向かって上昇す 50 る。煙の温度は、ネット12の領域において約400~500℃であり、この温度でC∞はまだ分子の状態である。よって、C∞分子は第1のネット12のメッシュを通過してさらに上昇するが、非晶質カーボン粒子は第1のネット12に付着する。こうして、第1のネット12によって煙中の非晶質カーボン粒子の大部分が除去される。

【0022】第1のネット12を通過した高濃度のC∞分子を含む煙は、ガスの対流とともに上昇し第2のネット13に達する。煙の温度は、第2のネット13の領域において約300~350℃であり、C∞分子の結晶化に適した温度になっている。したがって、C∞分子は第2のネット13上で結晶化し、ネット13に付着する。第2のネット13に一定量のススが付着した時点でネット13を回収し、ネット13のススをハケで落として集めることによってC∞が簡単に得られる。

【0023】このように、本発明によれば、炭素電極からの高さに関係して非晶質カーボン粒子とCsoとを容易に分離採集することができる。その結果、従来のような、有機溶剤を用いてススから非晶質カーボン粒子とCsoとを分離するという、非効率的で時間を浪費する作業が不必要となる。そして、Csoを極めて簡単に、効率良く採集することが可能となる。

【0024】なお、この実施例では、ベルジャーに対するガスの出入りがない状態でC®を採集するようにしたが、不活性ガス貯蔵装置からガスを導入する一方で、上蓋からガスを引き、ガスを引くポンピング速度とガス導入量をバランスさせながら、ベルジャーの内部が約100Torrになるようにしてガスを流しながらC®を採集することもできる。この場合には、一度により多くのC®を採集することができる。

### [0025]

【発明の効果】以上のように、本発明によれば、炭素の固体を不活性ガス雰囲気中において加熱し、それによって生じた煙の温度特性に基づいて、Cωと非晶質カーボン粒子とを分離採集することができるので、従来のような、有機溶媒を用いたススからのCωの分離作業を行う必要がなくなる。そして、Cωを極めて簡単かつ効率良く採集することが可能となり、よってCωを安価に提供できるようになる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明によるC∞ を採集するための方法を概略 的に説明した図である。

【図2】本発明によるC∞ を採集するための装置の1実施例を概略的に示した縦断面図である。

【図3】図1に示した状況において、炭素電極から生じる煙の温度を、炭素電極からの高さの関数としてプロットしたグラフである。

### 【符号の説明】

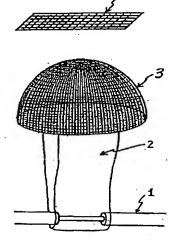
1 アーク放電用炭素電極

2 煙

3 第1のネット (フィルター手段)

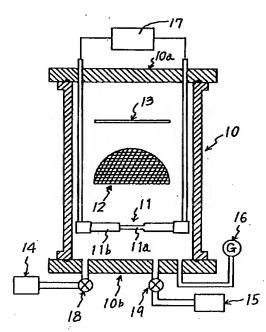
.le

【図1】





第2のネット (採集手段)



【図3】

